

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-118808

(43)Date of publication of application : 09.05.1995

(51)Int.Cl.

C22C 38/00

C22C 38/44

(21)Application number : 05-261985

(71)Applicant : SUMITOMO METAL IND LTD

(22)Date of filing : 20.10.1993

(72)Inventor : AZUMA SHIGEKI

(54) STAINLESS STEEL FOR HIGH PURITY GAS EXCELLENT IN WELDABILITY AND CORROSION RESISTANCE

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce a stainless steel for high purity gas excellent in weldability and corrosion resistance.

CONSTITUTION: This stainless steel for high purity gas excellent in weldability and corrosion resistance is the one having a compsn. contg. 0.5 to 2.0% Si, 10 to 40% Ni, 15 to 30% Cr and 2 to 7% Mo, and in which, in impurities, the contents are regulated to C \leq 0.003%, Mn to \leq 0.1%, P to \leq 0.01%, S to \leq 0.003%, Al to \leq 0.05% and O (oxygen) to \leq 0.005% and Ni-bal. value given by the following formula is regulated to 0 to <2 : $\text{Ni-bal.} = \text{Nieq.} - 1.1\% \text{Creq.} + 8.2$; where $\text{Nieq.} = \% \text{Ni} + \% \text{Cu} + 0.5\% \text{Mn} + 30(\% \text{C} + \% \text{N})$, and $\text{Creq.} = \% \text{Cr} + 1.5\% \text{Si} + \% \text{Mo} + \% \text{W}$ is satisfied. The steel may furthermore be incorporated with one or more kinds among $\leq 3\%$ Cu, $\leq 3\%$ W and $\leq 0.3\%$ N. This stainless steel for high purity gas excellent in weldability and corrosion resistance is the one in which, particularly, the contents of Si and Mn are optimized.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-118808

(43) 公開日 平成7年(1995)5月9日

(51) Int.Cl.⁴

C 2 2 C 38/00
38/44

識別記号

3 0 2 Z

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平5-261985

(22) 出願日 平成5年(1993)10月20日

(71) 出願人 000002118

住友金属工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 東 茂樹

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号住

友金属工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 穂上 照忠 (外1名)

(54) 【発明の名称】 溶接性及び耐食性に優れる高純度ガス用ステンレス鋼

(57) 【要約】

【目的】 溶接性及び耐食性に優れる高純度ガス用ステンレス鋼を提供する。

【構成】 Si : 0.5~2.0 %、Ni : 10~40%、Cr : 15~30 %、Mo : 2~7 %を含有し、不純物中のCが0.03%以下、Mnが0.1 %以下、Pが0.01%以下、Sが0.003 %以下、Al : 0.05%以下及びO (酸素) が0.005 %以下で、かつ下式で与えられるNi-bal. 値が0以上2未満である溶接性及び耐食性に優れる高純度ガス用ステンレス鋼。

$$\text{Ni-bal.} = \text{Ni eq.} - 1.1\% \text{Cr eq.} + 8.2$$

ただし、
$$\text{Ni eq.} = \% \text{Ni} + \% \text{Cu} + 0.5\% \text{Mn} + 30 (\% \text{C} + \% \text{N})$$

$$\text{Cr eq.} = \% \text{Cr} + 1.5\% \text{Si} + \% \text{Mo} + \% \text{W}$$

上記鋼は更に、Cu : 3 %以下、W : 3 %以下、N : 0.3 %以下のうちの1種以上を含有することができる。

【効果】 特にSi、Mnの含有量を適正にした、溶接性及び耐食性に優れる高純度ガス用ステンレス鋼である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】重量%で、Si：0.5～2.0%、Ni：10～40%、Cr：15～30%及びMo：2～7%を含有し、残部はFe及び不可避的不純物からなり、不純物中のCが0.03%以下、Mnが0.1%以下、Pが0.01%以下、Sが0.003%以下、Al：0.05%以下及びOが0.005%以下で、かつ下式で与えられるNi-bal. 値が0以上2未満であることを特徴とする溶接性及び耐食性に優れる高純度ガス用ステンレス鋼。

$$\text{Ni-bal.} = \text{Ni eq.} - 1.1\% \text{Cr eq.} + 8.2$$

$$\text{ただし、Ni eq.} = \% \text{Ni} + \% \text{Cu} + 0.5\% \text{Mn} + 30 (\% \text{C} + \% \text{N})$$

$$\text{Cr eq.} = \% \text{Cr} + 1.5\% \text{Si} + \% \text{Mo} + \% \text{W}$$

【請求項2】重量%で、Si：0.5～2.0%、Ni：10～40%、Cr：15～30%及びMo：2～7%、さらにCu：3%以下、W：3%以下及びN：0.3%以下のうちの1種以上を含有し、残部はFe及び不可避的不純物からなり、不純物中のCが0.03%以下、Mnが0.1%以下、Pが0.01%以下、Sが0.003%以下、Al：0.05%以下及びOが0.005%以下で、かつ下式で与えられるNi-bal. 値が0以上2未満であることを特徴とする溶接性及び耐食性に優れる高純度ガス用ステンレス鋼。

$$\text{Ni-bal.} = \text{Ni eq.} - 1.1\% \text{Cr eq.} + 8.2$$

$$\text{ただし、Ni eq.} = \% \text{Ni} + \% \text{Cu} + 0.5\% \text{Mn} + 30 (\% \text{C} + \% \text{N})$$

$$\text{Cr eq.} = \% \text{Cr} + 1.5\% \text{Si} + \% \text{Mo} + \% \text{W}$$

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、半導体製造プロセスなどで使用される高純度ガス用ステンレス鋼に関する。

【0002】

【従来の技術】半導体および液晶製造分野においては近年、高集積化が進み、超LSIと称されるデバイスの製造では、1μm以下の微細パターンの加工が必要とされている。このような超LSI製造プロセスでは、微少な塵や微量不純物ガスが配線パターンに付着、吸着され回路不良の原因となるため、使用する反応ガスおよびキャリアガスは共に高純度であること、すなわちガス中の微粒子および不純物ガスが少ないことが必要とされる。従って、この高純度ガス用配管および部材においては、その内表面から放出される汚染物としての微粒子（パーティクル）およびガスが極力少ないことが要求される。

【0003】高純度ガス配管系の加工は通常、管同士あるいは管と継手、弁などの配管部品を溶接して行われるので、用いられるステンレス鋼には溶接性も必要である。

【0004】さらに、半導体製造用ガスとしては、窒素、アルゴン等の不活性ガス以外に塩素、クロロシラン類といった腐食性のガスも使用されるので、これらの腐

食性ガスに接する部材には当然、高い耐食性も必要となる。

【0005】従来、このような半導体製造用ガス配管および部材は、塵や水分などの付着、吸着を低減するため、その表面粗さがR_{max}で1μm以下となるまで平滑化されている。このような表面平滑化の方法として、冷間抽伸、機械研磨、電解研磨等が挙げられるが、R_{max}で1μm以下の高平滑材は主として電解研磨仕上げによって製造されている。表面が平滑化された配管等にはその後、高純度水による洗浄、高純度ガスによる乾燥が施されて製品となる。

【0006】このような管および部材の材質としては、通常オーステナイト系ステンレス鋼、中でもSUS 316Lが主に使用されている。

【0007】特開昭63-161145号公報には、クリーンルーム用鋼管として、Mn、Si、Al、O（酸素）などの含有量を規制することにより非金属介在物を低減し、前述のような管内面からのパーティクル発生を低減しようとする規格鋼以外の高純度オーステナイトステンレス鋼が開示されている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】高純度ガス配管用ステンレス鋼管の性能として不可欠なパーティクル発生低減に対しては、管内面の平滑化、さらに特開昭63-161145号公報に示されるような非金属介在物の低減によりその効果が期待できる。しかしながら、ステンレス鋼を高純度化すると、ガス配管系の施工面で要求される溶接性が低下する。また、特に腐食性ガス配管で不可欠な母材および溶接部の耐食性においては、既存のステンレス鋼では十分ではない。

【0009】本発明の目的は、前記の電解研磨などにより内表面が平滑化されたステンレス鋼の表面において溶接性および耐食性に優れるステンレス鋼を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明の要旨は次の高純度ガス用ステンレス鋼にある。

【0011】(1)重量%で、Si：0.5～2.0%、Ni：10～40%、Cr：15～30%及びMo：2～7%を含有し、残部はFe及び不可避的不純物からなり、不純物中のCが0.03%以下、Mnが0.1%以下、Pが0.01%以下、Sが0.003%以下、Al：0.05%以下及びOが0.005%以下で、かつ下式で与えられるNi-bal. 値が0以上2未満であることを特徴とする溶接性及び耐食性に優れる高純度ガス用ステンレス鋼。

【0012】

$$\text{Ni-bal.} = \text{Ni eq.} - 1.1\% \text{Cr eq.} + 8.2$$

$$\text{ただし、Ni eq.} = \% \text{Ni} + \% \text{Cu} + 0.5\% \text{Mn} + 30 (\% \text{C} + \% \text{N})$$

$$\text{Cr eq.} = \% \text{Cr} + 1.5\% \text{Si} + \% \text{Mo} + \% \text{W}$$

(2)上記(1)記載の成分に加えて更に、重量%で、Cu：3%以下、W：3%以下及びN：0.3%以下のうちの1種以上を含有する溶接性及び耐食性に優れた高純度ガス用ステンレス鋼。

【0013】本発明者は、前記の課題を解決するため、種々の化学組成を有するステンレス鋼電解研磨管の溶接性及び耐食性について検討した。その結果、特に母材に比べて低下しやすい溶接部耐食性は、非金属介在物を形成してパーティクル発生源および腐食の起点となるS、Oは当然のことながら、Mnも低減することによって向上すること、また、溶接性はSiを適量添加することによって確保されることを見出した。これらの新知見については作用の項で詳述する。

【0014】

【作用】本発明のステンレス鋼の化学組成を前記のように定めた理由を述べる。

【0015】Si：Siは溶接部の溶融幅や溶融深さに影響を与え、溶接性を大きく左右する元素である。この理由は次のように説明される。

【0016】溶接性は一般に、P、S、Mnなどを始めとする不純物元素を低減すると、既存のステンレス鋼に比べて劣化する。これは、溶接時に溶融金属の対流を促進させる作用を有すると考えられるこれらの不純物元素を低減すると、溶接施工中の溶融金属が滞留し、溶接池において底部の温度上昇が妨げられることによる。具体的には、同一径および肉厚の管を溶接する場合に、溶融幅に比べて溶融深さが異常に小さくなり、このため溶接裏波ビードが発生しがたくなって溶け込み不良となる。

【0017】Siは、溶融したステンレス鋼の粘性を低下させることにより、溶融部の対流を増大させ、深さ方向の溶融を促進させて溶け込み性を改善する効果を有する。Si含有量が0.5%未満では、上記の効果が得られないため溶接性が劣化する。一方、2.0%を超えると熱間加工性および靱性が低下する。よって、Si含有量の範囲は0.5~2.0%とした。

【0018】Ni、Cr：Ni、Crは、鋼の耐食性および組織調整に重要な元素である。本発明鋼ではオーステナイトステンレス鋼の組織を維持し、耐食性を維持させるために、Ni含有量の範囲は10~40%、Cr含有量の範囲は15~30%とした。これらの範囲を外れると、望ましい耐食性や金属組織が得られない。

【0019】Mo：Moは、Ni、Crと同様に鋼の耐食性を向上させるのに重要な元素である。本発明鋼では溶接部のみならず母材部においても、腐食性ガスに対して十分な耐食性を有することが必要であるが、Mo含有量が2%未満ではその効果が得られない。一方、7%を超えると熱間加工性が低下する。よって、Mo含有量の範囲は2~7%とした。

【0020】C：CはCr炭化物を析出させ、耐食性を低下させるため低いことが望ましい。本発明鋼の強い腐食

性ガスに対する用途も考慮して0.03%以下とした。

【0021】Mn：Mnは溶接熱影響部の表面皮膜に濃化して耐食性を劣化させる元素である。この濃化は、溶接中に溶融部および高温加熱部から蒸気圧の高いMnが優先的に蒸発し、近傍の低温部で再び凝縮、付着するために起こる。MnはCr、Ni、Feに比べて耐食性が劣るため、濃化部が優先的に腐食する。この現象はMn含有量が0.1%を超えると顕著となる。よって、Mn含有量は0.1%以下とした。

【0022】P、S：Pの含有量が0.01%を、Sの含有量が0.003%を、それぞれ超えると、ともに耐食性および熱間加工性に対して有害である。特にSは極微量でもMnSを生成し、耐食性に極めて有害である。よって、Pは0.01%以下、Sは0.003%以下とした。

【0023】Al：Alは非金属介在物を形成する元素であり、極力低減する必要がある。しかし、鋼を脱酸し、有害不純物であるOを低下させるために最低限必要である。この許容上限が0.05%である。

【0024】O（酸素）：OはSと並んで非金属介在物を形成する元素であり、極力少なくする必要がある。耐食性および鋼の清浄度に悪影響を及ぼさない範囲として、0.005%以下とした。

【0025】本発明のステンレス鋼では、さらに次の元素群から選んで1種以上を含有させることができる。

【0026】Cu、W、N：本発明鋼では電解研磨皮膜組成の改善による耐食性向上を目的の一つとしているが、もちろん鋼自体の耐食性を向上させることも可能である。このために、耐食性向上効果を有する元素を熱間加工性、溶接性など他の性能を劣化させない範囲で添加してもよい。Cu、W、Nは、いずれも耐食性向上に効果を有する元素であり、Cu：3%以下、W：3%以下、N：0.3%以下のうちから1種または2種以上を選んで含有させる。これらの含有量を超えると、耐食性向上の効果は飽和してしまう。

【0027】Ni-bal.値：Ni-bal.値が0未満になると、本発明のステンレス鋼ではフェライト相を含む不安定なオーステナイト組織しか得られないため、機械的性質、耐食性が劣化する。一方、2以上では熱間加工性が低下し、実験室での小規模な鋼塊の製造の際には支障はないものの、商用レベルの大量製造では、鋼塊の鍛造、圧延時に割れが起こりやすい。よって、本発明鋼の合金元素含有量から計算されるNi-bal.値を、0以上2未満と定めた。

【0028】

【実施例】表1に示す化学組成の外径6.4mm、肉厚1mm、長さ4mのシームレスステンレス鋼管の内面を、電解研磨によってRmaxが0.7μmとなるように平滑化した後、高純度水によって洗浄し、120℃で99.999%Arガスを通して乾燥した。これらの鋼管を同一鋼種毎に、表2に示す条件で突き合わせ溶接した。

[0029]

5

(4)

特開平7-118808

6

[表1]

表 1

| 鋼種 | 化 学 組 成 (Wt%, bal.: Fe, 不純物) | | | | | | | | | | | | 備 考 | | | |
|---------|------------------------------|------|------|-------|-------|------|------|------|------|------|-------|--------|-------|--------|--------|--------|
| | C | Si | Mn | P | S | Ni | Cr | Cu | Mo | W | Al | N | | O | Ni eq. | Cr eq. |
| A | 0.005 | 0.64 | 0.03 | 0.002 | 0.001 | 14.7 | 16.8 | — | 2.49 | — | 0.009 | — | 0.001 | 14.865 | 20.25 | 0.79 |
| B | 0.012 | 0.73 | 0.07 | 0.005 | 0.001 | 14.6 | 17.2 | — | 2.64 | — | 0.006 | — | 0.001 | 14.995 | 20.935 | 0.1665 |
| C | 0.006 | 1.02 | 0.01 | 0.009 | 0.001 | 14.2 | 16.2 | — | 2.21 | — | 0.031 | — | 0.001 | 14.385 | 19.94 | 0.651 |
| D | 0.008 | 0.63 | 0.04 | 0.002 | 0.001 | 13.4 | 16.9 | — | 2.58 | — | 0.004 | 0.08 | 0.001 | 16.06 | 20.425 | 1.7925 |
| E | 0.004 | 1.38 | 0.02 | 0.001 | 0.001 | 35.6 | 28.2 | — | 5.64 | 2.38 | 0.012 | — | 0.001 | 35.73 | 38.29 | 1.811 |
| F | 0.006 | 1.24 | 0.04 | 0.004 | 0.001 | 25.3 | 26.8 | 0.74 | 6.12 | — | 0.016 | 0.19 | 0.003 | 31.94 | 34.78 | 1.882 |
| G | 0.004 | 0.81 | 0.02 | 0.002 | 0.001 | 14.7 | 17.1 | 0.35 | 2.68 | 0.54 | 0.008 | 0.07 | 0.002 | 17.28 | 21.535 | 1.7915 |
| H | 0.004 | 1.02 | 0.16 | 0.003 | 0.001 | 14.5 | 16.7 | — | 2.35 | — | 0.003 | — | 0.001 | 14.7 | 20.58 | 0.262 |
| I | 0.012 | 0.61 | 0.39 | 0.006 | 0.001 | 14.6 | 17.2 | — | 2.68 | — | 0.011 | — | 0.001 | 15.155 | 20.795 | 0.4805 |
| J | 0.009 | 0.74 | 0.86 | 0.007 | 0.001 | 14.2 | 16.8 | — | 2.64 | — | 0.032 | — | 0.001 | 14.9 | 20.55 | 0.495 |
| K | 0.008 | 0.08 | 0.03 | 0.006 | 0.001 | 13.9 | 17.2 | — | 2.64 | — | 0.009 | — | 0.002 | 14.155 | 19.96 | 0.399 |
| L | 0.010 | 0.35 | 0.06 | 0.005 | 0.001 | 14.6 | 17.1 | — | 2.46 | — | 0.005 | — | 0.002 | 14.93 | 20.085 | 1.0365 |
| M | 0.004 | 0.13 | 0.24 | 0.003 | 0.001 | 14.2 | 17.9 | 0.34 | 2.65 | — | 0.008 | 0.0211 | 0.001 | 15.413 | 20.145 | 1.4535 |
| 本 發 明 例 | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 比 較 例 | | | | | | | | | | | | | | | | |

本 発 明 例

比 較 例

[0030]

[表2]

表 2

| 溶 接 方 法 | | 自動 GTA溶接、溶接材料なし |
|---------|--------|------------------------|
| 溶 接 条 件 | 開 先 | I 型 |
| | 電 流 | 13 ~ 18 A |
| | 電 圧 | 13 ~ 18 V |
| | 時 間 | 24 ~ 30 sec |
| | 内面シールド | 99.99 %Ar、流量:0リットル/min |

*面の裏波ビードの状況を観察する方法で行った。耐食性評価のための腐食試験は、塩化第二鉄水溶液を含浸させた幅5mm、長さ20mmの濾紙を管内面に密着させ、25℃で6時間放置し、腐食状況を観察する方法によった。さらに、塩化第二鉄濃度を種々変えて、腐食を発生する限界濃度も調査した。管内面皮膜のCr含有率は、2次イオン質量分析器により母材および溶融境界から4mm離れた熱影響部での深さ方向の元素分析を行い、Mn含有率の最高値を測定した。これらの結果を表3および図1に示す。

10 【0032】

【0031】溶接性の評価は、溶接部を切り出し、管内* 【表3】

表 3

| 鋼種 | 溶接部裏波ビード形状 | 溶接熱影響部表面 Mn (at %) | 溶接部腐食発生 FeCl ₃ 濃度 (%) | 備 考 |
|----|------------|--------------------|----------------------------------|---------|
| A | 良 好 | < 2 | 12 | 本 発 明 例 |
| B | 良 好 | < 2 | 12 | |
| C | 良 好 | < 2 | 12 | |
| D | 良 好 | < 2 | 12 | |
| E | 良 好 | < 2 | > 24 | |
| F | 良 好 | < 2 | > 24 | |
| G | 良 好 | < 2 | 18 | |
| H | 良 好 | 16 | 6 | 比 較 例 |
| I | 良 好 | 46 | 3 | |
| J | 良 好 | 62 | 1.2 | |
| K | 溶け込み不良 | < 2 | 12 | |
| L | 溶け込み不良 | < 2 | 9 | |
| M | 溶け込み不良 | 32 | 3 | |

【0033】図1は、腐食発生塩化第二鉄濃度に及ぼす母材のMn含有率の影響を示す図である。表3と図1からわかるように、本発明で定める化学組成を有するステンレス鋼では、溶接性および耐食性において良好な性能を示している。

【0034】

【発明の効果】本発明鋼は、溶接性および耐食性に優れ 40

た高純度ガス用ステンレス鋼である。

【0035】これらの特性は、特にSi、Mnの含有量を適正にすることでもたらされたものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】腐食発生塩化第二鉄濃度に及ぼす母材のMn含有率の影響を示す図である。

(6)

特開平7-118808

【図1】

